

17387465  
AP20 Rec'd 17387465 JUL 2006

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

1

**Dispositif de nitruration par implantation ionique d'une pièce en alliage  
d'aluminium et procédé mettant en œuvre un tel dispositif.**

5

*Domaine de l'invention*

L'invention a pour objet un dispositif de nitruration par implantation ionique d'une pièce en alliage d'aluminium à partir d'un faisceau d'ions d'azote émis par une source d'ions. L'invention a également pour objet un  
10 procédé de nitruration d'une pièce en alliage d'aluminium mettant en œuvre un tel dispositif.

L'invention trouve des applications par exemple dans le domaine de la plasturgie où il est nécessaire de traiter les pièces réalisées en alliage d'aluminium qui sont utilisées comme moules de fabrication en série de  
15 pièces en matière plastique.

*Etat de la technique*

Dans le domaine de la plasturgie, la plupart des pièces en matière plastique sont réalisées par moulage dans des moules métalliques.  
20 Actuellement, la plupart de ces moules sont en acier. En effet, l'acier est un matériau solide ayant une bonne tenue mécanique dans le temps. Chaque moule en acier permet ainsi de réaliser un nombre important de pièces en matière plastique de l'ordre de 500 000 à 1 000 000 d'unités. Cependant, l'acier est un matériau difficile à traiter qui, par conséquent, ne permet pas  
25 une mise rapide de la production sur le marché. Il ne permet pas non plus une grande flexibilité de forme, alors que la tendance actuelle est de changer fréquemment la forme des pièces en plastique et, donc, la forme des moules d'injection. Pour ces raisons, le coût en usinage et en temps d'un moule en acier est relativement élevé.

30 On cherche donc de plus en plus dans le domaine de la plasturgie à réaliser des moulés d'injection dans un autre métal que l'acier. Les alliages

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 2

d'aluminium constituent l'un de ces métaux. En effet, l'alliage d'aluminium présente l'avantage d'avoir une excellente usinabilité, c'est-à-dire de permettre un usinage à grande vitesse. L'alliage d'aluminium présente aussi une forte capacité d'échange thermique, ce qui entraîne un refroidissement plus rapide de la pièce en matière plastique, ainsi qu'une grande légèreté, donc une manipulation plus aisée. L'alliage d'aluminium présente, à volume égal, un coût sensiblement comparable à celui de l'acier.

Un problème général à résoudre dans le domaine réside dans le fait que les moules en alliage d'aluminium ont une tenue mécanique limitée dans le temps, d'où une capacité de production faible par rapport à ceux réalisés en acier. Le nombre de pièces en matière plastique réalisées dans un moule en alliage d'aluminium est typiquement de l'ordre 1 000 unités. En outre, un problème particulier à résoudre dans le domaine des moules en alliage d'aluminium, réside dans le fait que les phénomènes d'érosion de la surface moulante, de matage du plan de joint ou de corrosion apparaissent plus rapidement que sur les moules en acier.

Les fabricants de moules à injection en alliage d'aluminium cherchent à résoudre ces problèmes en améliorant la tenue mécanique superficielle de ces moules. Pour cela, ils cherchent à augmenter la résistance à l'usure en accroissant la dureté superficielle et la lubrification (diminution du coefficient de friction) et en renforçant la résistance à la corrosion, essentiellement due aux attaques chlorées.

Différents procédés, chimiques ou physico-chimiques, sont connus pour améliorer la tenue mécanique des moules en alliage d'aluminium.

Parmi les procédés chimiques, on connaît celui qui consiste en une anodisation du moule en alliage d'aluminium. L'anodisation est un procédé électrolytique permettant d'épaissir la couche naturelle d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de 20 microns. Cette couche d'alumine est dure mais très cassante (une ténacité sensiblement identique à celle du verre). De plus, elle offre un coefficient de dilatation thermique élevé et

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 3

présente une sensibilité aux attaques chlorées, d'où une grande fragilité au regard de la fatigue thermique et de la corrosion.

Un autre procédé chimique est le chromage dur. Ce procédé est un traitement électrolytique des moules en alliage d'aluminium qui permet de les durcir. Cependant, ce procédé pose des problèmes d'homogénéité d'épaisseur sur les arêtes des moules. De plus il nécessite une préparation de surface dite de dérochage (création de micro rugosités d'accroche de 7 à 8 microns) dont la qualité dépend du savoir-faire du sous-traitant, d'où une mauvaise réputation auprès des moulistes.

Un autre procédé chimique est le nickelage. Ce procédé consiste en un dépôt uniforme d'une couche de nickel imprégnée de téflon pour lubrifier la surface. Cependant, l'imprégnation du nickel par le téflon exige le maintien du moule pendant plusieurs heures à une température de 250°C, fatal aux propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Sans téflon, donc sans lubrification, la couche de nickel présente à son tour des risques de délaminage.

Un autre procédé chimique est le dépôt en phase vapeur de nitrure de chrome. Ce procédé pose un problème en ce qui concerne l'adhérence de la couche de nitrure de chrome, qui est de mauvaise qualité du fait de la faiblesse de la température d'application autorisée (au-delà de laquelle les propriétés mécaniques du substrat sont détruites).

Un procédé physico-chimique est la nitruration thermique. Celui-ci consiste à cémenter par de l'azote une pièce métallique pour obtenir une grande dureté superficielle. Généralement, cette nitruration est réalisée thermiquement, c'est-à-dire que la pièce métallique à traiter est chauffée à une température supérieure à 500°C dans un courant de gaz ammoniac. A cette température, le gaz ammoniac se dissout et diffuse dans l'alliage en formant des nitrures. On pourra par exemple se reporter au document US 4,597,808 (ARAI TOHRU et al) qui décrit un procédé physico-chimique du type susvisé. Cependant, il existe un autre problème lié au type de matériaux à traiter, à savoir les alliages d'aluminium. En effet, ces derniers contiennent

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 4

des précipités durcissant obtenus par des revenus thermiques compris entre 120 et 150°C, ces précipités participant de la bonne tenue mécanique de ces alliages. Or une élévation de température de l'alliage d'aluminium à une température supérieure à 500°C, telle préconisée par US 4,597,808, tend à  
5 éliminer ces précipités. Il en découle que le procédé décrit par le document US 4,597,808 est insatisfaisant au regard de la tenue mécanique recherchée des alliages d'aluminium.

Il existe d'autres procédés de nitruration de pièces d'aluminium destinées à être utilisées dans le domaine électronique. Le but recherché par  
10 ces procédés est de réaliser un traitement superficiel de la surface de l'aluminium pour déposer une fine couche de nitrure ou d'oxyde d'aluminium qui présente des caractéristiques intéressantes d'un point de vue électronique, et notamment des caractéristiques de bon isolant acoustique et de bon conducteur thermique, ceci afin de préserver les propriétés  
15 électroniques de la pièce en aluminium. On pourra par exemple se reporter aux documents EP 1 288 329 (CCR GmbH Beschichtungs-techno) et US 4 698 233 (Iwaki Masaya et al) qui décrivent de tels procédés de traitement de pièces d'aluminium utilisées dans le domaine électronique.

Par ailleurs, il a été évoqué par le document US 5,925,886 (Togiguchi  
20 Katsumi et al) la possibilité de produire un faisceau d'ions à partir d'une source d'ions à résonance cyclotronique électronique (source RCE). On rappelle qu'une source RCE présente deux caractéristiques principales :

- un champ magnétique qui confine les ions dans un volume délimité situé à l'intérieur de la source, et dénommé la chambre à plasma, et  
25
- une onde haute fréquence libérée à l'intérieur de la source et destinée à chauffer les électrons qui peuvent alors être ionisés.

La chambre de la source comporte un plasma chaud, constitué d'un mélange d'ions et d'électrons confinés magnétiquement. Les ions peuvent être extraits de la chambre par un orifice pour être ensuite accélérés. Pour la  
30 production d'ions gazeux (d'oxygène, d'azote, de néon etc.), le gaz choisi est

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 5

introduit dans la source en une quantité suffisante pour atteindre l'intensité du faisceau d'ions demandée.

*Exposé de l'invention*

5 L'invention a pour but de remédier aux inconvénients et problèmes des techniques exposées précédemment.

Il est notamment visé par la présente invention de proposer un dispositif d'implantation ionique, notamment d'ions azote, dans une pièce en alliage d'aluminium pour améliorer la tenue mécanique de cette dernière.

10 Il est encore visé par la présente invention de proposer un tel dispositif qui permette un traitement en profondeur de l'alliage d'aluminium, typiquement sur une épaisseur de l'ordre de 0 à 3  $\mu\text{m}$ , et dont la mise en œuvre ne provoque pas une altération des caractéristiques mécaniques de la pièce à traiter, autorisant son utilisation après traitement sans reprise de la  
15 pièce.

Il est aussi visé par la présente invention de proposer un tel dispositif autorisant un traitement de zones spécifiques de la pièce en alliage d'aluminium.

Il est également visé par la présente invention de proposer un tel  
20 dispositif qui ne nécessite pas des temps de traitement qui soient longs.

Il est enfin visé par la présente invention de proposer un tel dispositif qui soit peu coûteux pour permettre son utilisation dans un cadre industriel, son coût ne devant pas être rédhibitoire par rapport aux coûts d'autres procédés de traitement.

25 La démarche inventive de la présente invention a consisté à proposer de réaliser à basse température, plus précisément à une température inférieure à 120°C, le traitement d'une pièce en alliage d'aluminium par implantation simultanée d'ions multi-énergies. Ces derniers sont obtenus en extrayant avec une même et unique tension d'extraction des ions mono- et  
30 multi-chargés créés dans la chambre à plasma d'une source d'ions à résonance cyclotronique électronique (source RCE). Chaque ion produit par

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 6

ladite source présente une énergie qui est proportionnelle à son état de charge. Il en découle que les ions dont l'état de charge est le plus élevé, donc d'énergie la plus élevée, s'implantent dans la pièce en alliage à des profondeurs plus importantes.

5 On notera à ce stade de la description que cette implantation est rapide et peu coûteuse puisqu'elle ne nécessite pas une tension d'extraction élevée de la source d'ions. En effet, pour augmenter l'énergie d'implantation d'un ion, il est économiquement préférable d'augmenter son état de charge plutôt que d'augmenter sa tension d'extraction.

10 On notera également que ce dispositif permet de traiter une pièce sans altérer ses propriétés mécaniques dues à la présence de précipités durcissants préalablement obtenus par revenus thermiques effectués à une température comprise entre 120°C et 150°C.

Le dispositif d'implantation d'ions dans une pièce en alliage  
15 d'aluminium comporte une source délivrant des ions accélérés par une tension d'extraction et des premiers moyens de réglage d'un faisceau initial d'ions émis par ladite source en un faisceau d'implantation.

Selon la présente invention, un tel dispositif est principalement reconnaissable en ce que ladite source est une source à résonance  
20 cyclotronique électronique produisant des ions multi-énergies qui sont implantés dans la pièce à une température inférieure à 120°C, l'implantation des ions du faisceau d'implantation étant effectuée simultanément à une profondeur contrôlée par la tension d'extraction de la source.

Plus particulièrement, le procédé de l'invention propose d'utiliser des  
25 ions d'azote multi-énergies produits par la source d'ions RCE à l'intérieur de laquelle de l'azote a été préalablement introduit et d'implanter les ions produits simultanément dans la pièce en alliage d'aluminium, ce qui engendre des microcristaux de nitrure d'aluminium induisant à leur tour une augmentation de la dureté. L'implantation simultanée de ces ions d'azote  
30 peut se faire à des profondeurs variables, en fonction des besoins et de la forme de la pièce. Ces profondeurs dépendent des énergies d'implantation

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 7

des ions du faisceau d'implantation ; elles peuvent varier de 0 à environ 3  $\mu\text{m}$ .

Compte tenu d'un effet de pulvérisation différent selon l'énergie donc l'état de charge de l'ion incident, on n'obtient pas le même profil de concentration d'ions implantés selon, par exemple, que l'on implante  
5 simultanément  $\text{N}^+$ ,  $\text{N}^{2+}$ ,  $\text{N}^{3+}$ , ou que l'on implante successivement par état de charge d'ordre croissant  $\text{N}^+$ ,  $\text{N}^{2+}$ , puis  $\text{N}^{3+}$ , ou encore que l'on implante successivement par état de charge d'ordre décroissant  $\text{N}^{3+}$ ,  $\text{N}^{2+}$ , puis  $\text{N}^+$ . L'implantation successive par état de charge d'ordre croissant donne un  
10 profil d'épaisseur large mais de faible concentration. L'implantation successive par état de charge d'ordre décroissant donne un profil d'épaisseur étroite mais de forte concentration. L'implantation simultanée est un compromis entre les deux types d'implantation précédents, on obtient un profil d'épaisseur moyenne et de concentration moyenne. Il est coûteux en  
15 terme de temps d'implanter des ions successivement par ordre croissant et décroissant. Le procédé de l'invention préconise l'implantation simultanée d'ions multi-énergies avec un faisceau multi-énergies et est de ce fait à la fois avantageux techniquement et optimal sur le plan du compromis physique obtenu (profil de concentration équilibré).

20 L'augmentation de la dureté de l'aluminium est liée à la concentration en ions d'azote implantés. Par exemple, pour 10% d'ions implantés, la dureté de la pièce est augmentée localement d'un rapport de 200%. Dans le cas de l'aluminium, une dureté augmentée de 200% correspond approximativement à une dureté intermédiaire entre celle du titane et celle de l'acier. Pour 20%  
25 d'ions d'azote implantés dans la pièce, la dureté de la pièce augmente d'un rapport de 300%. Dans le cas de l'aluminium, une dureté augmentée de 300% correspond à une dureté égale voire supérieure à celle de l'acier.

Le procédé de l'invention présente un avantage très intéressant par rapport à l'implantation effectuée avec un faisceau d'ions d'azote mono-  
30 énergie: pour une même concentration d'ions implantés, on observe en effet avec un faisceau d'ions d'azote multi-énergies un accroissement

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

8

supplémentaire de dureté. On a mesuré pour une concentration d'ions implantés de 25% un accroissement de dureté de 60% en faveur de l'implantation avec un faisceau multi-énergies par rapport à une implantation avec un faisceau mono-énergie. L'implantation simultanée d'ions multi-  
5 énergies engendre par collisions et cascades un brassage plus efficace des différentes couches de nitrure d'aluminium (qui s'étagent à différentes profondeurs d'implantation dans l'épaisseur traitée). L'efficacité des processus de fragmentation et de dispersion des microcristaux dont sont constituées les couches de nitrure d'aluminium est certainement à l'origine  
10 de cet accroissement supplémentaire de dureté obtenu par implantation avec un faisceau d'ions d'azote multi-énergies. Les faisceaux multi-énergies sont particulièrement adaptés aux applications mécaniques tandis que les faisceaux mono-énergie sont plus spécifiquement adaptés aux applications électroniques pour lesquelles la création de défaut par cascades et collisions  
15 a tendance à dégrader les propriétés électriques du nitrure d'aluminium (notamment sa très haute résistance électrique).

Dans une application à des moules d'injection en alliage d'aluminium, le procédé de l'invention permet d'obtenir des moules ayant une dureté superficielle proche de celle de l'acier, tout en conservant les propriétés  
20 mécaniques massives de l'alliage d'aluminium. Le procédé de l'invention permet aussi d'améliorer la caractéristique d'anti-corrosion de ces moules en alliage d'aluminium. Ainsi, la capacité de production d'un moule en alliage d'aluminium, traité avec le procédé de nitruration par implantation simultanée d'ions de l'invention, est très largement augmentée par rapport à un moule  
25 en alliage d'aluminium classique.

Le dispositif de la présente invention comporte en outre avantageusement des deuxièmes moyens de réglage de la position relative de la pièce et de la source d'ions. On comprendra qu'un déplacement relatif  
30 entre la source d'ions et la pièce est mis en œuvre pour pouvoir traiter cette dernière zone par zone. Ainsi, plusieurs zones d'une même pièce métallique peuvent être traitées de façon à obtenir des duretés identiques ou



WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

différentes. Le choix des zones à traiter et la durée du traitement à leur apporter sont fonction de leur spécificité fonctionnelle (par exemple la zone du plan de joint du moule, la zone de la surface moulante).

Selon une forme préférée de réalisation du dispositif de la présente invention dans laquelle la pièce est mobile par rapport à la source, les deuxièmes moyens de réglage comportent avantageusement un porte-pièce qui est mobile pour déplacer la pièce au cours de son traitement. Dans une autre forme non préférée de réalisation du dispositif, c'est la source d'ions qui est déplacée par rapport à la pièce à traiter; cette dernière forme de réalisation pouvant être mise en œuvre lorsque la pièce à traiter est très volumineuse.

Le porte-pièce est de préférence équipé de moyens de refroidissement pour évacuer la chaleur produite dans la pièce lors de l'implantation des ions multi-énergies.

Les premiers moyens de réglage du faisceau d'ions comportent accessoirement un spectromètre de masse pour trier les ions produits par la source en fonction de leur charge et de leur masse.

De préférence, les premiers moyens de réglage du faisceau initial d'ions comportent en outre des moyens optiques de focalisation, un profileur, un transformateur d'intensité et un obturateur.

Le dispositif est avantageusement confiné dans une enceinte équipée d'une pompe à vide.

Les deuxièmes moyens de réglage de la position relative de la pièce et de la source d'ions comportent avantageusement des moyens de calcul de cette position à partir d'informations relatives à la nature du faisceau d'ions, à la géométrie de la pièce, à la vitesse de déplacement du porte-pièce par rapport à la source et au nombre de passes précédemment réalisées.

Selon une première variante du procédé de traitement d'un alliage d'aluminium par implantation ionique mettant en œuvre un dispositif selon la présente invention, ce procédé est principalement reconnaissable en ce que

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

10

le faisceau d'ions multi-énergies se déplace de façon relative par rapport à la pièce à une vitesse constante.

Selon une deuxième variante du procédé de traitement d'un alliage d'aluminium par implantation ionique mettant en œuvre un dispositif selon la présente invention, ce procédé est principalement reconnaissable en ce que

5 le faisceau d'ions multi-énergies se déplace de façon relative par rapport à la pièce à une vitesse variable tenant compte de l'angle d'incidence du faisceau d'ions multi-énergies par rapport à la surface de la pièce.

Que ce soit la pièce à traiter ou la source d'ions qui est déplacée, la

10 vitesse de déplacement relative entre ces deux éléments peut être constante ou variable en fonction de l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la surface, au moins pendant la durée de traitement de la zone de la pièce. La gestion de la vitesse peut être différente pour chaque zone à traiter de la pièce. La vitesse dépend du débit du faisceau, du profil de concentration des

15 ions implantés et du nombre de passes. La vitesse peut varier en fonction de l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la surface, pour compenser la faiblesse de la profondeur d'implantation par une augmentation du nombre d'ions implantés.

De préférence, le faisceau d'ions multi-énergies est émis avec un

20 débit et des énergies d'émission qui sont soit constants, soit variables et commandés par la source d'ions. Comme expliqué précédemment, le procédé de l'invention permet d'agir sur les profondeurs de pénétration des ions multi-énergies dans la pièce. Ces profondeurs de pénétration, qui s'étagent dans l'épaisseur traitée, varient en fonction des différentes

25 énergies d'entrée des ions au niveau de la surface de la pièce. Plus précisément, la source d'ions délivre des ions avec des énergies d'émissions variables ; dans ce cas, la source d'ions est asservie de manière à faire varier les énergies des ions incidents en jouant sur la tension d'extraction lors de chaque traitement.

30 L'implantation des ions d'azote dans la structure cristalline de la pièce à traiter a pour effet de créer des microcristaux de nitrure d'aluminium (de

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 11

structure cubique faces centrées pour de faibles concentrations d'azote à hexagonale compacte pour de fortes concentrations d'azote) extrêmement dures qui bloquent les plans de glissement des dislocations à l'origine des déformations du matériau. En d'autres termes, le fait d'implanter des ions d'azote dans la pièce à traiter permet d'augmenter la dureté superficielle de la pièce et de la rendre ainsi très résistante à l'usure.

Par ailleurs, dans l'application aux moules d'injection en alliage d'aluminium, l'azote présent dans l'aluminium a pour effet, puisque c'est une base, de diminuer l'acidité existante dans les piqûres initiées par les ions chlorures provenant des plastiques moulés. Ainsi, la corrosion associée à la propagation des piqûres est fortement diminuée par le procédé de l'invention.

Le procédé de l'invention permet, par le phénomène de pulvérisation superficielle induit par la passage des ions incidents, de gommer les micro-rugosités de la pièce, diminuant d'autant l'apparition des piqûres qui se forment généralement à la faveur des anfractuosités de la surface.

Il résulte de ces dispositions que le procédé de l'invention permet de traiter efficacement des zones de la pièce dont la géométrie est complexe, sans pour autant augmenter ni la durée du traitement et ni les risques d'échauffement de la pièce.

#### *Brève description des dessins*

La figure 1 représente un diagramme fonctionnel du dispositif de l'invention.

La figure 2 représente des exemples de distribution d'implantation, dans une pièce en aluminium, par une source à résonance cyclotronique électronique produisant des ions  $N^+$ ,  $N2^+$  et  $N3^+$  avec une même tension d'extraction de 200 KV.

La figure 3 représente le profil d'implantation obtenu avec un faisceau de  $N^+(3.3mA)$ ,  $N2^+(3.3mA)$ ,  $N3^+(3.3mA)$ , une tension d'extraction de 200 KV, concentré sur une surface de  $1\text{ cm}^2$  pendant 10 secondes. Ce profil

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

12

représente en ordonnée la concentration (%) d'ions azote implantés en fonction de la profondeur d'implantation exprimée en Angström.

La figure 4 représente le profil d'implantation optimal, du même type que le profil précédent, qui est obtenu avec un faisceau de N+(1.6mA), N2+(3.2mA), N3+(4.8mA), une tension d'extraction de 200 KV, concentré sur une surface de 1 cm<sup>2</sup> pendant 10 secondes.

*Description détaillée de modes de réalisation de l'invention*

Sur la figure 1, un dispositif selon la présente invention est placé dans une enceinte 3 mise sous vide grâce à une pompe à vide 2. Ce vide a pour but d'empêcher l'interception du faisceau par des gaz résiduels et d'éviter la contamination de la surface de la pièce par ces mêmes gaz lors de l'implantation.

Ce dispositif comporte une source d'ions 6 à résonance cyclotronique électronique, dite source RCE. Cette source RCE 6 délivre un faisceau initial f1' d'ions multi-énergies d'azote pour un courant total d'environ 10 mA (toutes charges confondues N+, N2+, etc.), sous une tension d'extraction pouvant varier de 20 KV à 200 KV. La source RCE 6 émet le faisceau d'ions f1' en direction de premiers moyens de réglage 7-11 qui assurent la focalisation et le réglage du faisceau initial f1' émis par la source RCE 6 en un faisceau f1 d'implantation d'ions qui vient frapper une pièce à traiter 5.

Ces premiers moyens de réglage 7-11 comportent, de la source RCE 6 vers la pièce 5, les éléments suivants :

- un spectromètre de masse 7 apte à filtrer les ions en fonction de leur charge et de leur masse. Cet élément est facultatif ; en effet, dans le cas où l'on injecte un gaz d'azote pur (N2), il est possible de récupérer l'ensemble des ions d'azote mono et multi-chargés produits par la source pour obtenir un faisceau d'ions d'azote multi-énergies. Le spectromètre de masse étant un élément très cher on réduit fortement le coût du dispositif en utilisant un faisceau d'ions d'azote multi-énergies obtenus à partir d'un gaz d'azote pur livré en bouteille.

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 13

- des lentilles 8 dont le rôle est de donner au faisceau initial  $f1'$  d'ions une forme choisie, par exemple cylindrique, avec un rayon choisi.

- un profileur 9 dont le rôle est d'analyser l'intensité du faisceau dans un plan de coupe perpendiculaire. Cet instrument d'analyse devient facultatif  
5 dès lors que les lentilles 8 sont réglées définitivement lors de la première implantation.

- un transformateur d'intensité 10 qui mesure en continu l'intensité du faisceau initial  $f1'$  sans l'intercepter. Cet instrument a pour fonction essentielle de détecter toute interruption du faisceau initial  $f1'$  et de permettre  
10 l'enregistrement des variations d'intensité du faisceau  $f1$  durant le traitement.

- un obturateur 11 qui peut être une cage de Faraday, dont le rôle est d'interrompre la trajectoire des ions à certains moments, par exemple lors d'un déplacement sans traitement de la pièce.

Selon la forme préférée de réalisation du dispositif représentée sur la  
15 figure 1, la pièce 5 est mobile par rapport à la source RCE 6. La pièce 5 est montée sur un porte-pièce mobile 12 dont le déplacement est commandée par une machine à commande numérique 4, elle-même pilotée par un post-processeur calculé par un système de CFAO (conception et fabrication assistées par ordinateur) 1.

20 Le déplacement de la pièce 5 prend en compte le rayon du faisceau  $f1$ , les contours externes et internes des zones à traiter de la pièce 5, une vitesse de déplacement constante, ou variable en fonction de l'angle du faisceau  $f1$  par rapport à la surface et un nombre de passes précédemment réalisées.

25 Des informations de contrôle ( $inf1$ ) sont transmises de la source RCE 6 vers la machine à commande numérique 4. Ces informations de contrôle concernent l'état du faisceau. En particulier, la source RCE 6 informe la machine 4 lorsque le faisceau  $f1$  d'ions est prêt à être envoyé. D'autres informations de contrôle ( $inf2$ ) sont transmises par la machine 4 à  
30 l'obturateur 11, à la source RCE 6 et, éventuellement, à une ou plusieurs machines extérieures au dispositif. Ces informations de contrôle peuvent être

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 14

les valeurs du rayon du faisceau d'ions, son débit et toutes autres valeurs connues de la machine 4.

Par ailleurs, le porte-pièce 12 est équipé d'un circuit de refroidissement 13 pour évacuer la chaleur produite dans la pièce 5 lors de l'implantation des ions multi-énergies.

Le fonctionnement du dispositif de l'invention est le suivant :

- on bride la pièce à traiter 5 sur le porte-pièce 12,
- on ferme l'enceinte 3 abritant le dispositif,
- on met éventuellement en marche le circuit de refroidissement 13 du porte-pièce 12,
- on met en marche la pompe à vide 2 de manière à obtenir un vide poussé dans l'enceinte 3,
- dès que les conditions de vide sont atteintes, on procède à la production et au réglage du faisceau f1' d'ions grâce aux moyens de réglage 7-11,
- lorsque le faisceau est réglé, on lève l'obturateur 11 et on lance la machine à commande numérique 4 qui exécute alors le déplacement en position et en vitesse de la pièce 5 devant le faisceau en une ou plusieurs passes,
- lorsque le nombre de passes requis est atteint, on baisse l'obturateur 11 pour couper le faisceau f1, on arrête la production du faisceau f1', on casse le vide en ouvrant l'enceinte 3 à l'air ambiant, on arrête éventuellement le circuit de refroidissement 13 et on sort la pièce traitée 5 hors de l'enceinte 3.

Il existe deux manières de diminuer le pic en température lié au passage du faisceau f1 en un point donné de la pièce 5: augmenter le rayon du faisceau (donc réduire la puissance par  $\text{cm}^2$ ) ou augmenter la vitesse de déplacement.

Si la pièce est trop petite pour évacuer par rayonnement la chaleur liée au traitement on peut soit diminuer la puissance du faisceau f1 (donc

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 15

augmenter la durée de traitement), soit mettre en marche le circuit de refroidissement 13 logé dans le porte pièce 12.

La figure 2 représente un exemple de distribution d'ions d'azote N implantés dans une pièce d'aluminium. Dans cet exemple, la source d'ions délivre des ions N<sup>+</sup>, N<sup>2+</sup> et N<sup>3+</sup> qui sont tous extraits avec une seule et unique tension d'extraction, par exemple, de 200 KV. Ainsi les ions N<sup>+</sup> émis par la source d'ions ont une énergie de 200 KeV, les ions N<sup>2+</sup> ont une énergie de 400 KeV et les ions N<sup>3+</sup> ont une énergie de 600 KeV.

Les ions N<sup>+</sup> atteignent une profondeur de 0,37  $\mu\text{m}$  +/- 0.075  $\mu\text{m}$ . Les ions N<sup>2+</sup> atteignent une profondeur d'environ 0,68  $\mu\text{m}$  +/- 0,1  $\mu\text{m}$  et les ions N<sup>3+</sup> une profondeur d'environ 0.91  $\mu\text{m}$  +/- 0,15  $\mu\text{m}$ . La distance maximale atteinte par des ions dans cet exemple est de 1.15  $\mu\text{m}$ .

La spécificité d'une source d'ions RCE 6 réside dans le fait qu'elle délivre des ions mono- et multi-chargés ce qui permet d'implanter simultanément des ions multi-énergies avec la même tension d'extraction. Il est ainsi possible d'obtenir simultanément sur toute l'épaisseur traitée un profil d'implantation plus ou moins bien réparti.

Par exemple, si l'on considère une source RCE délivrant un courant total de 10 mA (3.3 mA pour N<sup>+</sup>, 3.3mA pour N<sup>2+</sup>, 3.3mA pour N<sup>3+</sup>) avec une tension d'extraction de 200 KV, pour une pièce d'aluminium de 1 cm<sup>2</sup>, pendant environ 10 secs, le profil d'implantation est approximativement celui représenté sur la figure 3. Ce profil révèle une concentration de :

- 20% de N entre 0.30 et 0.5  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à une augmentation de la dureté de 300%,
- 8% de N entre 0.5 et 0.85  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à une augmentation de dureté de 200%, et
- 2% de N entre 0.85 et 1.1  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à une augmentation de dureté de 35%.

On obtient pour le profil d'implantation une répartition optimale en réglant les fréquences de la source 6 de manière à avoir une distribution

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 16

équirépartie des états de charge des ions de la source (même nombre d'ions  $N^+$ ,  $N2^+$ ,  $N3^+$  par  $cm^2$  et par seconde).

5 Par exemple, en reprenant l'exemple précédent, si l'on considère une source RCE délivrant un courant total de 10 mA (1.6 mA pour  $N^+$ , 3.2mA pour  $N2^+$ , 4.8mA pour  $N3^+$ ) avec une tension d'extraction de 200 KV, pour une pièce d'aluminium de 1  $cm^2$ , pendant environ 10 secs, le profil d'implantation représenté sur la figure 4 fluctue entre 6 et 14 % sur une épaisseur comprise entre 0.25  $\mu m$  1,1  $\mu m$ .

10 Pour une même concentration d'ions implantés, l'effet physique en terme de dureté obtenue par implantation simultanée d'ions multi-énergies est supérieur à celui obtenu par implantation d'ions mono-énergie. En effet la dispersion des microcristaux de nitrure d'aluminium due à l'efficacité du brassage des ions multi-énergies (qui s'implantent à des profondeurs étagées), induit un accroissement supplémentaire de dureté qui s'ajoute à  
15 celle qui serait obtenue avec un faisceau d'ions mono-énergies.



WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

17

## REVENDECATIONS

1 – Dispositif d'implantation d'ions dans une pièce en alliage d'aluminium (5) comportant une source (6) délivrant des ions accélérés par une tension d'extraction et des premiers moyens de réglage (7-11) d'un faisceau initial (f1') d'ions émis par ladite source (6) en un faisceau d'implantation (f1) caractérisé en ce que ladite source (6) est une source à résonance cyclotronique électronique produisant des ions multi-énergies qui sont implantés dans la pièce (5) à une température inférieure à 120°C, l'implantation des ions multi-énergies du faisceau d'implantation (f1) étant effectuée simultanément à une profondeur contrôlée par la tension d'extraction de la source.

2 – Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte en outre des deuxièmes moyens de réglage (1,4,12) de la position relative de la pièce (5) et de la source d'ions (6).

3 – Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que les deuxièmes moyens de réglage (1,4,12) comportent un porte-pièce qui est mobile (12) pour déplacer la pièce (5) au cours de son traitement.

4 – Dispositif selon la revendication 3, caractérisé en ce que le porte-pièce (12) est équipé de moyens de refroidissement (13) pour évacuer la chaleur produite dans la pièce (5) lors de l'implantation des ions multi-énergies.

5 – Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les premiers moyens de réglage (7-11) du faisceau d'ions comportent un spectromètre de masse (7) pour trier les ions produits par la source (6) en fonction de leur charge et de leur masse.

6 – Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les moyens de réglage (7-11) du faisceau initial (f1') d'ions comportent en outre des moyens optiques de focalisation (8), un profileur (9), un transformateur d'intensité (10) et un obturateur (11).

WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

## 18

7 – Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il est confiné dans une enceinte (3) équipée d'une pompe à vide (2).

5 8 – Dispositif selon la revendication 3, caractérisé en ce que les deuxièmes moyens de réglage (1,4,12) de la position relative de la pièce (5) et de la source d'ions (6) comportent des moyens de calcul (1) de cette position à partir d'informations relatives à la nature du faisceau d'ions, à la géométrie de la pièce (5), à la vitesse de déplacement du porte pièce (12) par rapport à la source (6) et au nombre de passes précédemment réalisées.

10 9 – Procédé de traitement d'un alliage d'aluminium par implantation ionique mettant en œuvre un dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le faisceau d'ions multi-énergies se déplace de façon relative par rapport à la pièce (5) à une vitesse constante.

15 10 – Procédé de traitement d'un alliage d'aluminium par implantation ionique mettant en œuvre un dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le faisceau d'ions multi-énergies se déplace de façon relative par rapport à la pièce (5) à une vitesse variable tenant compte de l'angle d'incidence du faisceau d'ions multi-énergies par rapport à la surface de la pièce (5).

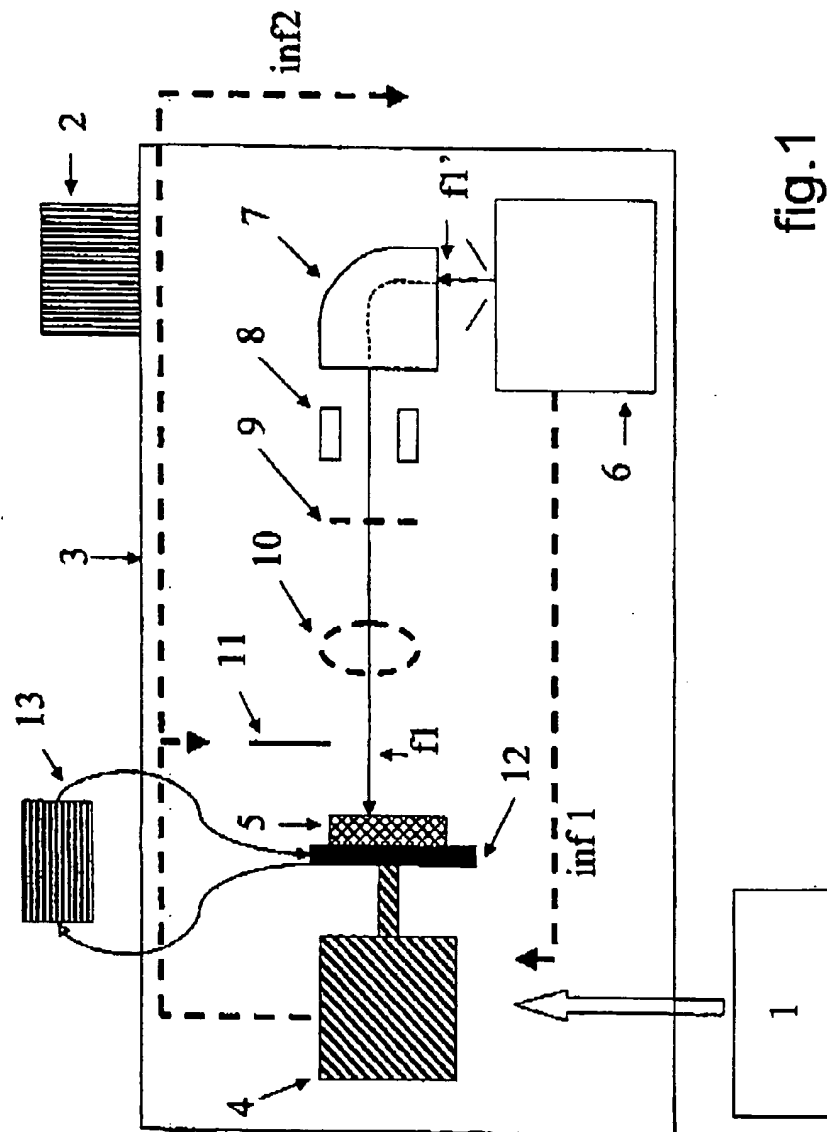
20 11 – Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 9 et 10, caractérisé en ce que le faisceau d'ions multi-énergies est émis avec un débit et des énergies d'émission constants.

25 12 – Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 9 et 10, caractérisé en ce que le faisceau d'ions multi-énergies est émis avec un débit et des énergies d'émission variables, commandés par la source d'ions (6).

WO 2005/085491

1 / 3

**PCT/FR2005/000224**



WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

2 / 3

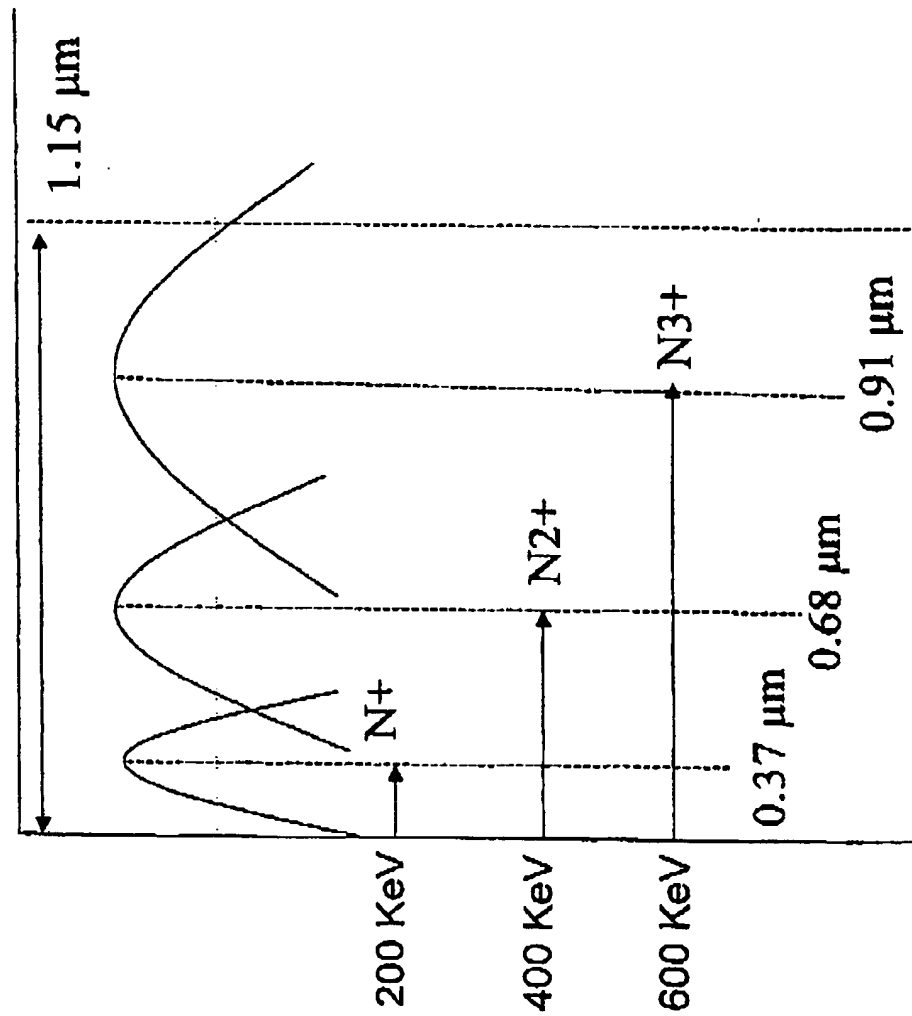
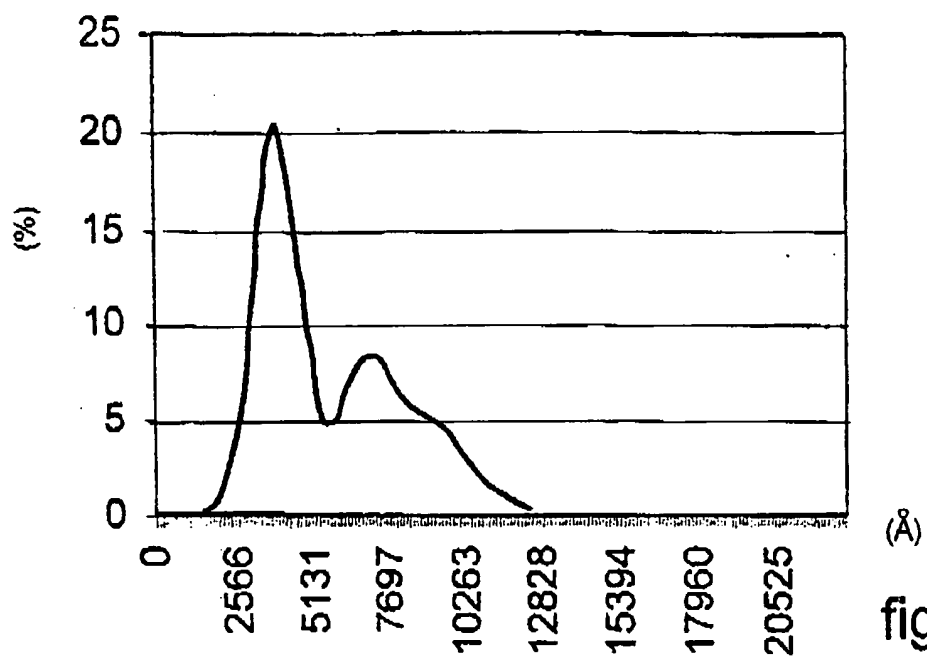


fig.2

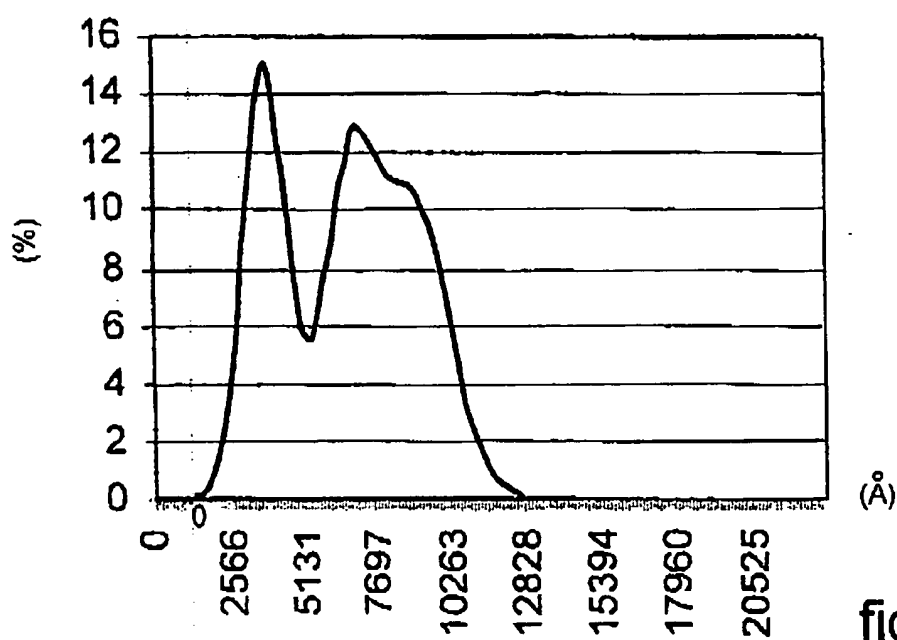
WO 2005/085491

PCT/FR2005/000224

**3 / 3**

(Å)

fig.3



(Å)

fig.4